

⑬ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift  
⑪ DE 3304349 A 1

⑥ Int. Cl. 3:  
B01 D 39/08  
A 41 D 31/00

⑳ Aktenzeichen: P 33 04 349.3  
㉑ Anmeldetag: 9. 2. 83  
㉒ Offenlegungstag: 9. 8. 84

DE 3304349 A 1

㉑ Anmelder:

Blücher, Hubert von; Blücher, Hasso von, 4000  
Düsseldorf, DE; Ruiter, Ernest de, Dipl.-Chem. Dr.,  
5090 Leverkusen, DE

㉒ Erfinder:

gleich Anmelder

Behördeneigentum

㉓ Flächenfilter

Die Erfindung betrifft einen Flächenfilter aus einer luft-  
durchlässigen, flexiblen, insbesondere textilen Träger-  
schicht, die nur partiell in gleichmäßiger Verteilung mit ei-  
nem Kleber bedeckt ist, an dem Adsorbenteilchen, insbe-  
sondere Aktivkohlekügelchen, fixiert sind. Die Erfindung  
betrifft ferner die Verwendung solcher Flächenfilter mit Ak-  
tivkohle als Adsorbens für Schutzanzüge.

DE 3304349 A 1

Best Available Copy

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Flächenfilter aus einem luftdurchlässigen, flexiblen, insbesondere textilen Trägermaterial und einem darauf fixierten Adsorbens, dadurch gekennzeichnet, daß das Trägermaterial nur partiell in gleichmäßiger Verteilung mit einem Kleber bedeckt ist, an dem die Adsorbenteilchen fixiert sind.
2. Flächenfilter nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der aufgetragene Kleber 20 bis 80, insbesondere 30 bis 70 %, der Oberfläche des Trägermaterials bedeckt.
3. Flächenfilter nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Kleber nur auf die Gewebekuppen aufgebracht ist.
4. Flächenfilter nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Kleber aufgedruckt ist.
5. Flächenfilter nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Muster des Klebers eine Höhe von 0,05 bis 0,5 mm und einen Durchmesser bzw. eine Breite von 0,1 bis 5, vorzugsweise 0,2 bis 1 mm, hat.
6. Flächenfilter nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Kleber punktförmig aufgebracht ist und die Kleberhäufchen die Form einer Halbkugel bzw. die Form eines Kegels haben.

- 5 7. Flächenfilter nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Adsorbiereteilchen Aktivkohlekügelchen einer inneren Oberfläche von 600 bis 1500 m<sup>2</sup>/g sind und einen Durchmesser von 0,1 bis 1, bevorzugt 0,2 bis 0,4 mm, haben.
- 10 8. Flächenfilter nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Aktivkohle-Kügelchen aus Bitumen hergestellt sind.
- 15 9. Flächenfilter nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Bitumen in einer damit <sup>nicht</sup> oder schlecht mischbaren Flüssigkeit, insbesondere Wasser, oberhalb seines Schmelzpunktes dispergiert und dann abgeschreckt wird, worauf die von der Flüssigkeit getrennten Bitumen-Kügelchen zur Entfernung klebender Bestandteile mit einem geeigneten Lösungsmittel, 20 insbesondere einem Benzol-/Methanol-Gemisch, extrahiert, mit Schwefelsäure getränkt und auf mindestens 600°C erhitzt werden, worauf die so erhaltenen carbonisierten Kohlekügelchen in an sich bekannter Weise aktiviert werden.
- 25 10. Flächenfilter nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß geschmolzene Bitumen in einem inerten Gas zu Tröpfchen zerstäubt und auf 800 bis 1600°C erhitzt wird, worauf die so erhaltenen carbonisierten Kohlekügelchen in an sich bekannter Weise aktiviert werden.
- 30 11. Flächenfilter nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Aktivkohlekügelchen in der Weise erhalten werden, daß organische Kationenaustauscher einer 35 Korngröße von 0,2 bis 1 mm im Wirbelbett rasch auf mindestens 600°C erhitzt und anschließend in an sich bekannter Weise aktiviert werden.

- 5 12. Flächenfilter nach Anspruch 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Menge des aufgetragenen Adsorbens 10 bis 250, vorzugsweise 60 bis 150 g/m<sup>2</sup>, beträgt.
- 10 13. Flächenfilter nach Anspruch 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Adsorberkügelchen mit einem für chemische Kampfstoffe durchlässigen Material ummantelt sind, welches das Adsorptionsmittel gegen äußere Einflüsse schützt.
- 15 14. Flächenfilter nach Anspruch 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß dem Kleber Flammenschutzmittel zugegeben sind, die das gesamte Flächenfilter schwer entflammbar machen.
- 20 15. Flächenfilter nach Anspruch 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß dem Kleber Treibmittel zugesetzt sind.
- 25 16. Flächenfilter nach Anspruch 1 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß an dem aufgetragenen Kleber zusätzlich inkapsulierte Enzyme fixiert sind.
- 30 17. Flächenfilter nach Anspruch 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß die inkapsulierten Enzyme mit einem Kleber auf der anderen Seite der flexiblen Trägerschicht aufgebracht sind.
18. Schutzanzug, enthaltend einen Flächenfilter nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 17.

3304349

PATENTANWALT DR. HANS-GÜNTHER EGGERT, DIPLOMCHEMIKER

8 KÖLN 41, Räderscheidtstr. 1

- 4 -

Köln, den 7. Februar 1983

Nr. 2

Hubert von Blücher, Freytagstraße 45, 4000 Düsseldorf

Hasso von Blücher, Sohnstraße 58, 4000 Düsseldorf

Dr. Ernest de Ruiter, Höhenstraße 57a, 5090 Leverkusen 3

F l ä c h e n f i l t e r

- 4 -  
- 5 -

### B e s c h r e i b u n g

5 Der Einsatz von Adsorbentien empfiehlt sich, wenn aus einem Gemisch gezielt Substanzen entfernt werden sollen. Unter den Adsorbentien nimmt die Aktivkohle (A-Kohle) eine besondere Stellung ein, die der hohen Adsorptionskapazität infolge einer sehr großen inneren Oberfläche und dem ver-  
10 hältnismäßig unspezifischen Adsorptionsvermögen, d.h. einer physikalischen Adsorption zuzuschreiben ist. Darüber hinaus kann durch die Wahl des Ausgangsmaterials und die Art der Aktivierung die A-Kohle dem jeweiligen Verwendungszweck angepaßt werden.

15 Eine wichtige Anwendung von A-Kohle sind flexible Flächenfilter, welche in der Industrie, im Haushalt, aber auch bei Schutzbekleidung verwendet werden. Sie bestehen üblicherweise aus einem Träger, der häufig ein textiles  
20 Flächengebilde ist, auf den durch Tauchen und Abquetschen ein Gemisch von Bindemittel und Adsorbens aufgetragen ist. Der Binder führt zu einer reduzierten Adsorptionsleistung und bei textilen Flächengebilden immer zu unerwünschten Griffveränderungen durch Verkleben der Fäden,  
25 was besonders für Bekleidungszwecke (Schutzbekleidung) ein Handicap ist.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, Flächenfilter aus einem luftdurchlässigen, flexiblen, insbesonde tex-  
30 tilen Trägermaterial und einem darauf fixierten Adsorbens zu schaffen, bei denen durch die besonderen Auswahl der Adsorberteilchen und ihrer Verankerung auf dem Trägermaterial dafür gesorgt wird, das neben optimalen Adsorptionseigenschaften hohe Flexibilität, gute Abriebfestig-  
35 keit und hohe Luftdurchlässigkeit gewährleistet sind.

- 5 -  
- 6 -

Die Menge der Adsorberteilchen sollte gleichmäßig verteilt sein, um eine gleichmäßige Filterleistung mit geringer Streuung und eine dementsprechend gute Schutzwirkung bei geringem Abrieb zu erreichen. Außerdem sollte das verbesserte Flächenfilter ein geringes Volumen besitzen und gute Waschbarkeit ohne Qualitätsverluste ermöglichen.

10 Diesen vielfältigen Anforderungen wird man erfindungsgemäß dadurch gerecht, daß das Trägermaterial nur partiell in gleichmäßiger Verteilung mit einem Kleber bedeckt ist, an dem die Adsorberteilchen fixiert sind. Unter einer  
15 gleichmäßigen Verteilung wird eine statistisch weitgehend einheitliche Verteilung des Klebstoffes und damit auch der daran fixierten Adsorberteilchen an der Oberfläche des Trägermaterials verstanden. Vorzugsweise sollte der aufgetragene Kleber nur 20 bis 80 %, insbesondere 30 bis 70 %  
20 der Oberfläche des Trägermaterials bedecken. Dieser nur partielle Auftrag des Klebers, der sich also deutlich von einer durchgehenden Beschichtung unterscheidet, kann dadurch erreicht werden, daß der Kleber nur auf die Kuppen eines als textiles Trägermaterial dienenden Gewebes aufgebracht ist. Eine andere Möglichkeit einer gleichmäßigen  
25 Verteilung des Klebers besteht darin, ihn in einem bestimmten Muster aufzudrucken. Dieses aufgedruckte Muster kann punkt- oder linienförmig sein. Durch die Wahl der Schablone wird die für die Adsorption wichtige Geometrie und der  
30 für die Luftdurchlässigkeit maßgebende Anteil an unbedruckter Fläche bestimmt. Die aufgetragene Menge des Klebstoffs ist innerhalb weniger Prozent konstant und gleichmäßig über die gesamte Warenbreite verteilt. Das auf die eine oder andere Weise aufgebrachte Muster des Klebers hat  
35 vorteilhaft eine Höhe von 0,05 bis 0,5 mm und einen Durchmesser bzw. eine Breite von 0,1 bis 5, vorzugsweise 0,2 bis 1 mm. Am besten ist der Kleber punktförmig aufgebracht und die Kleberhäufchen haben die Form einer Halbkugel bzw. eines Kegels.

- 6 -

- 7 -

Als Adsorbens kommen für die Zwecke der Erfindung bekannte adsorbierende Materialien wie zum Beispiel Kieselsäure-xerogele, Metalloxide und -hydroxide, insbesondere Aluminiumoxid und -hydroxid, Molekularsiebe, Ionenaustauscher und Aktivkohlen verschiedener Provenienzen infrage. Es wurde festgestellt, daß die Korngröße des Adsorbens eine wichtige Rolle spielt. Ist sie zu klein, so ist auch die Adsorptionskapazität zu gering, ist sie zu groß, wird die Adsorptionskinetik ungünstig. Besonders bei Aktivkohle hat sich eine Korngröße von 0,1 bis 1 mm, insbesondere 0,2 bis 0,4 mm für viele Verwendungen als guter Kompromiß herausgestellt. Es muß aber auch die Abriebfestigkeit berücksichtigt werden, die einerseits von der Verankerung der Adsorberteilchen, andererseits von ihrer Festigkeit und ihrer Form abhängt. Die Teilchen haben bedingt durch ihre Herstellung meist die Form kleiner Zylinder, Quader oder Kugeln. Die Kugelform wird in der Regel bevorzugt. Die Aktivkohle hat zweckmäßig eine innere Oberfläche von 600 bis 1500 m<sup>2</sup>/g. Die Menge des aufgetragenen Adsorbens, insbesondere der A-Kohle beträgt 10 bis 250 g/m<sup>2</sup>, vorzugsweise 60 bis 150 g/m<sup>2</sup>.

Die Aktivkohle kann aus geeigneten organischen Materialien in bekannter Weise hergestellt werden. Eine sehr brauchbare Aktivkohle erhält man beispielsweise aus Bitumen, wenn man daraus über dem Erweichungspunkt in einem mit Bitumen nur begrenzt mischbaren Medium, z.B. Wasser unter Druck eine Dispersion herstellt, diese abschreckt, die erhaltenen Bitumenkügelchen mit einem geeigneten Lösungsmittel extrahiert, mit Schwefelsäure oxydiert, carbonisiert und schließlich aktiviert. Das verwendete Bitumen kann natürliches Bitumen oder ein aus Erdölrückständen gewonnenes Bitumen sein. Je nach Ausgangsmaterial wird, gegebenenfalls durch Lufteinblasen, der Schmelzpunkt erhöht, so daß das Bitumen bei 100 bis 150°C gerade noch dispergiert werden kann. Bitumen mit zu hohem Schmelzpunkt

- 7 -  
- 8 -

kann mit Steinkohlenteer verdünnt werden, um in dem genannten Temperaturbereich zu feinen Tröpfchen dispergierbar zu sein. Durch Abschrecken der Tröpfchen erhält man Bitumenkügelchen, die beispielsweise auf einem Siebband abgelagert und anschließend mit einem geeigneten Lösungsmittel extrahiert werden. Hierfür empfiehlt sich ein Benzol-Methanol-Gemisch, weil der Zusatz von Methanol das Lösevermögen des Benzols erheblich verstärkt. Diese Extraktion hat einen doppelten Zweck:

1. erhöht sich durch Herauslösen von niedermolekularen Komponenten der Schmelzpunkt und die Klebrigkeit wird vermindert, was für die weiteren Verfahrensstufen wichtig ist.
2. Entsteht eine mikroporöse Struktur, welche die anschließende Oxidation sehr erleichtert.

Die Extraktion wird bevorzugt in geschlossenen Reaktoren bei Temperaturen zwischen 30 und 100°C durchgeführt.

Der extrahierte Anteil kann zwischen 15 und 60 % schwanken und beträgt in der Regel etwa 35 %. Nach Wiedergewinnung des Lösungsmittels können die extrahierten Anteile zur Verdünnung des eingesetzten hochviskosen Bitumens verwendet werden.

Die extrahierten Bitumenkügelchen werden anschließend zwecks weiterer Erhöhung des Schmelzpunktes und der Porosität mit konzentrierter Schwefelsäure getränkt und nach und nach insbesondere im Wirbelbett bis auf 700°C erhitzt. Dabei findet bis etwa 350°C eine kräftige Oxidation unter Abspaltung von Schwefeldioxid statt, während im höheren Temperaturbereich vornehmlich sauerstoffhaltige Kohlenstoffverbindungen, insbesondere viel CO<sub>2</sub> abgespalten werden. Gewichtsverlust durch die Oxidation und Pyrolyse liegt je nach Ausgangsmaterial zwischen 5 und 20 %. Anschließend werden die carbonisierten Kohlekügelchen in üblicher Weise aktiviert.

9.

Die Aktivierung wird insbesondere mit Wasserdampf in einer Wirbelschicht bei 800 bis 900°C vorgenommen. Auch andere bekannte Aktivierungsverfahren sind anwendbar.

5

Eine Alternative zur Schwefelsäureoxidation ist die Luftoxidation bei Temperaturen von 100 bis 400°C, wobei der Sauerstoffgehalt bis über 10 % ansteigen kann, gefolgt von einer Pyrolyse bei 600 bis 700°C.

10

Eine Alternative der Herstellung von carbonisierten Kohlekügelchen aus Bitumen besteht darin, geschmolzenes Bitumen zu der gewünschten Tröpfchengröße zu zerstäuben und diese Tröpfchen mit einem inerten Gas durch eine auf 800 bis 1.600°C aufgeheizte Zone zu schicken. Durch diese Behandlung wird zunächst die äußere Schicht der Tröpfchen carbonisiert und dann auch das innere Bitumen.

20

Eine andere Möglichkeit, für die Zwecke der Erfindung besonders brauchbare A-Kohle-Kügelchen herzustellen, besteht darin, daß organische Kationenaustauscher im Wirbelbett rasch auf 600 bis 700°C erhitzt und anschließend, z.B. mit Wasserdampf aktiviert werden. Die organischen Kationenaustauscher, insbesondere sulfonierte Styrol-Divinylbenzol-Copolymere, sollten in der  $H^+$ -Form vorliegen. Sie können aber auch Schwermetallionen, z.B. Ni-Ionen, enthalten. Die im Ionenaustauscher vorgegebene Porosität wirkt sich sehr günstig aus, während die Sulfongruppen carbonisierend und oxidierend wirken. Die Festigkeit der erhaltenen Adsorberkügelchen ist ausreichend, wenn auch etwas geringer als die des aus Bitumen hergestellten Materials. Die aus Bitumen in der beschriebenen Weise hergestellten Aktivkohlekügelchen haben eine harte Schale und einen etwas weichen Kern. Die innere Oberfläche beträgt etwa 600 bis 1500 m<sup>2</sup>/g mit verhältnismäßig hohem Anteil an Mesoporen (10-15·10<sup>-10</sup> m).

35

- 10 -

- 8 -

Im Rahmen der beschriebenen Zielsetzung wurden Kugeldurchmesser von 0,1 bis 1 mm mit Schwerpunkt bei 0,2 bis 0,4 mm erhalten, jedoch sind hiervon abweichende Durchmesser durchaus erreichbar. Die Abriebfestigkeit ist dank der besonders harten Schale sehr hoch.

Für besondere Anwendungen können die Adsorberkügelchen zum Schutz gegen unerwünschte äußere Einflüsse ummantelt bzw. inkapsuliert werden. Das geschieht durch Umhüllen mit einer dünnen Schicht aus Polymeren, die eine selektive Durchlässigkeit für die zu adsorbierenden Substanzen besitzt. So gelingt es beispielsweise, Aktivkohleteilchen durch Vorbehandlung mit Acrylatdispersionen, z.B. Acronal 50 D und 27 D der BASF, mit einem Häutchen aus Makromolekülen zu umgeben, das zwar für Kampfstoffe durchlässig ist, jedoch nicht für Druckereihilfsmittel. Eine andere Möglichkeit die Adsorbenskörner zu inkapsulieren, besteht darin, daß man sie in einem Zweikomponentengebläse mit Polyamidpulver möglichst gleicher Teilchengröße etwa im Mengenverhältnis 1 : 1 verwirbelt und durch einen Gasflammenrohrföfen gegen ein gekühltes, spiegelverchromtes Stahlblech schleudert. Das im Gasflammenrohrföfen erweichte Polyamid legt sich im Luftstrom um das Adsorberteilchen und verfestigt sich dort beim Austritt aus dem Flammrohr im gekühlten Luftstrom. Jeder Verklebung der so mit Polyamid umhüllten Adsorbenskörner untereinander wird durch Auftreffen auf das bis etwa -15°C heruntergekühlte spiegelverchromte Stahlblech entgegengewirkt. Andere bekannte Prozesse zur Mikroinkapsulation der Adsorbenskörner mit verschiedenen anorganischen oder organischen Hüllmaterialien können ebenfalls verwendet werden.

- 10 -

. A -

Die Inkapsulierung von Kohleteilchen kann außer mit den schon beschriebenen Prozessen, beispielsweise dadurch erfolgen, daß man unter ständiger Bewegung des Kohlepulvers kontinuierlich kleinste Mengen geeigneter Latices, z.B. eine Acrylatdispersion zugibt. Diese Koagulieren dann an der Oberfläche.

Die Dicke der Inkapsulierungsschichten kann sich von der Größenordnung des Durchmessers der Makromoleküle bis in den  $\mu\text{m}$ -Bereich bewegen. In jedem Fall sollten die dünnen Inkapsulierungsschichten der Adsorberteilchen eine selektive Durchlässigkeit besitzen, so daß sie zwar für die zu adsorbierenden Substanzen, wie z.B. Kampfstoffe, durchlässig sind, aber nicht für den Kleber, Schweiß, Waschmittel, Öle und Fette. Letzteres ist bei der Verwendung solcher Flächenfilter im mehrlagigen Aufbau von Schutzanzügen von Bedeutung, um eine Inaktivierung durch längeres Tragen bei schwerster körperlicher Beanspruchung zu verhindern, um einen hohen und langandauernden Schutz gegen Giftgase etc. zu gewährleisten.

Um die Adsorberkügelchen, insbesondere die erfindungsgemäß aus Bitumen oder Ionenaustauschern mit Sulfon- oder Sulfonatgruppen hergestellten A-Kohle-Kügelchen auf dem flexiblen Trägermaterial zu verankern bedarf es eines Klebers, der neben hoher mechanischer Festigkeit und Elastizität sowie einem gewissen Penetrationsvermögen auch eine ausreichende Anfangsklebrigkeit haben muß, um die aufgestreuten Adsorberteilchen bis zum Erreichen der Festigkeit festzuhalten. Für die Zwecke der Erfindung können sehr verschiedene polymere Bindemittel, wie beispielsweise Polyurethane, Polyacrylate oder Elastomere verwendet werden. Letztere können auch halogeniert, insbesondere chloriert oder fluoriert sein. Sehr geeignet sind ferner Schmelzkleber auf Basis von Polyamiden, Polyestern oder Äthylen-Vinylacetat-Copolymeren (EVA). Beim Druck liegen

- 11 -

- 12 -

die polymeren Bindemittel und die Schmelzkleber meist als Dispersion vor. In dem aufgedruckten Muster verbleiben dann aber nur die polymeren verfestigten, beispielsweise vernetzten oder vulkanisierten Bindemittel. Sehr geeignet sind auch lösungsmittelfreie Polyurethan-Systeme, wie sie z.B. unter der Bezeichnung "High Solids" (BAYER) im Handel sind.

10

Nach einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden dem Kleber Flammenschutzmittel beigemischt, die bei richtiger Auswahl den gesamten Flächenfilter schwer entflammbar machen. Bevorzugte Flammenschutzmittel sind solche auf Basis von Antimontrioxid in Kombination mit Bromverbindungen. Diese wirken als Radikalfänger in der Gasphase und haben damit eine gewisse Abstandswirkung. Weil bei dem erfindungsgemäßen Flächenfilter diese Flammenschutzmittel linien- oder punktförmig aufgetragenen Kleber für die Adsorbentien beigemischt sind, kommt es zu keiner wesentlichen Veränderung des Griffs des textilen Flächengebildes. Diese Art des Flammenschutzes erspart eine zusätzliche Ausrüstung der Trägerbahn.

25 Schließlich führt der Zusatz von Treibmitteln zum Kleber zur Bildung von kleinen, mit Adsorbern bedeckten Erhebungen, welche für das gasdynamische Verhalten vorteilhaft sind. Besonders bei der Verwendung von High Solids verhindert das Treibmittel durch Schaumbildung zusätzlich ein zu starkes Eindringen bzw. Wegsacken des Klebers in den Träger, kurz bevor die Vernetzung einsetzt.

Der mit Kleber und Zusätzen bedruckte Träger wird erfindungsmäßig mit den Adsorbern vollflächig bestreut und der nicht haftende Überschuss entfernt. Anschließend wird das Material zwecks Aushärtung des Klebers in einem Spannenrahmen oder Wärmekanal kondensiert. Das so erhaltene

flexible Filtermaterial hat eine ausgezeichnete Luftdurchlässigkeit, sehr gute Abriebfestigkeit und eine hohe  
5 Filterleistung. Die Abriebfestigkeit genügt den normalen Ansprüchen; sie kann erforderlichenfalls weiter erhöht werden, indem direkt auf die Adsorber ein mit z.B. Schmelzkleberpunkten bedrucktes textiles Flächengebilde thermisch aufkaschiert wird, ohne daß hierdurch die Ad-  
10 sorptionsleistung beeinträchtigt wird.

Die hohe Luftdurchlässigkeit bzw. die damit verbundene hohe Wasserdampfdurchlässigkeit des erfindungsgemäßen Filtermaterials macht dies besonders geeignet für Schutz-  
15 anzüge, bei welchen das Abführen der Körperwärme eine wichtige zusätzliche Forderung ist.

Eine weitere Steigerung der Wirksamkeit läßt sich dadurch erreichen, indem den Adsorbern inkapsulierte Enzyme zuge-  
20 fügt werden. Damit das Gel erhalten bleibt, muß die schützende Membrane die Verdunstung des Wassers verhindern, jedoch für die zu zerstörenden Substanzen (z.B. Kampfstoffe) durchlässig sein. Es ist auch möglich, mit dem Enzym verträgliche, Feuchtigkeit anziehende Stoffe  
25 dem Gel zuzufügen, so daß sich das Gel mit der Luftfeuchtigkeit im Gleichgewicht befindet.

Enzyme, die Lost und Nervengifte abbauen, stehen bereits in inkapsulierter Form zur Verfügung. Ein Flächenfilter,  
30 welches sowohl Adsorbentia wie geeignete Enzyme besitzt, ist für den C-Schutz besonders geeignet, da eine Art Selbstentgiftung stattfindet. Auf die Adsorbentien kann dabei nicht verzichtet werden, weil diese als Zwischen-  
station fungieren: Dabei ist es wichtig, daß das Mesoporen-  
35 system zwecks schneller Adsorption, aber auch Wiederabgabe an das Enzym gut ausgebildet ist.

- 13 -

- 14 -

Alles was bereits über die Art des Aufbringens der Adsorberteilchen gesagt wurde, gilt auch für die inkapsulierten Enzyme. Auch hier ist das Auftragen einer unterbrochenen Kleberschicht und das anschließende Bestreuen mit den inkapsulierten Gel-Tröpfchen die vorteilhafteste Art des Fixierens:

Der Träger bleibt geschmeidig und das Enzym ist gut zugänglich. Dabei ist natürlich darauf zu achten, daß Bestandteile des Klebers weder die Membrane noch das Enzym selbst schädigen und man ohne höhere Temperaturen auskommt. In der praktischen Anwendung kann man z.B. erst das Adsorbens in der beschriebenen Art aufbringen und anschließend die noch unbeladene Seite des Trägers benutzen, um die das Enzym enthaltenden inkapsulierten Gel-Kügelchen zu fixieren.

#### 20 Beispiel 1

##### Herstellung der Adsorber-Kügelchen

Bitumen aus einem Erdöldestillationsrückstand mit Erweichungspunkt um 120°C wurde unter Druck in Wasser bei 160°C dispergiert, abgeschreckt auf 15°C und die erhaltenen Kügelchen auf einem Siebband vom Wasser getrennt. Die Elementaranalyse (Waf-Basis) lautete:

	% C	91,7
30	% H	4,2
	% N	1,2
	% S	0,8
	% O	2,1

Sodann wurden die Kügelchen bei 70°C in Benzol/Methanol (2:1) extrahiert. Der Extraktionsverlust betrug 36 %. Der Rückstand fühlte sich trocken an und zeigte bei 250°C noch keine nennenswerte Erweichung.

- 14 -

- 15 -

Die Elementaranalyse (Waf) lautet:

5                   % C 91,2  
                  % H 3,7  
                  % N 1,3  
                  % S 0,7  
                  % O 3,1

10

Die extrahierten Kügelchen wurden sodann unter zeitweiligem Aufrühren an Luft erhitzt (4 Stunden 250°C, 1 Stunde 340°C). Äußerlich war keine Veränderung feststellbar; die Gewichtszunahme betrug 2,6 %.

15   Die Elementaranalyse lautet:

                  % C 85,2  
                  % H 2,6  
                  % N 1,2  
                  % S 0,8  
20                   % O 10,2

Bei der anschließenden Carbonisierung (Temperaturanstieg auf 700°C) trat ein Gewichtsverlust von 22,6 % auf.

Die Elementaranalyse lautet:

25                   % C 96,6  
                  % H 0,4  
                  % N 1,2  
                  % S 0,6  
                  % O 1,2

30

Die Aktivierung wurde mit Wasserdampf bei 820°C in Wirbelschicht durchgeführt. Gewichtsverlust 12 %. Die BET-Oberfläche betrug 730 m<sup>2</sup>/g.

- 15 -

- 16 -

Beispiel 2

## Herstellung des flexiblen Flächengebildes

- 5 Ein Baumwollgewebe ( $90 \text{ g/m}^2$ ) wurde mit einer Paste aus 100 Teilen vorpolymerisiertem, maskiertem Isocyanat (Impranil 43034), 3,5 Teilen  $\text{Sb}_2\text{O}_3$ , 6,5 Teilen Dekabromdiphenyläther, 2 Teilen Kieselsäure einer inneren Oberfläche nach BET von 380 und 13,5 Teilen eines aromatischen
- 10 Triamins als Vernetzer für das Isocyanat (Impranil 43035) mittels einer 14-mesh-Schablone punktförmig bedruckt. Die Auflagemenge betrug etwa  $20 \text{ g/m}^2$ .

- Die Warenbahn wurde hinter dem Druckwerk mit Adsorberkugeln von Beispiel 1 bestreut, der Überschuss wurde
- 15 entfernt und der Kleber vernetzt. Es konnten 120 bis 140 g Adsorber-Kugeln pro  $\text{m}^2$  Träger abriebfest verankert werden. Das so erhaltene flexible Flächenfilter hatte eine Luftdurchlässigkeit von  $900 \text{ l/m}^2 \text{ sec}$  bei 10 mm Wassersäule. Seine Filterleistung gegenüber Lost und Nervengiften übertraf die Forderungen.
- 20

Beispiel 3

- Ein wie in Beispiel 2 hergestelltes Flächenfilter wurde auf der unbeladenen Seite mit der gleichen Druckvorrichtung mit der Dispersion eines selbstvernetzenden Acrylats bedruckt (Auflage  $18 \text{ g/m}^2$ ), mit inkapsulierten Enzymen ( $\varnothing 0,1 - 0,2 \text{ mm}$ ) berieselt und nach Entfernen des Überschusses bei  $30^\circ\text{C}$  getrocknet. Auf diese Weise wurden 30 g Enzym enthaltende Gel-Kugeln aufgebracht.
- 25

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

### **IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**